

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 712 657**

51 Int. Cl.:

C07C 29/19 (2006.01)

C07C 29/44 (2006.01)

C07C 31/135 (2006.01)

C07C 33/20 (2006.01)

A61K 8/34 (2006.01)

A61Q 19/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **24.03.2011 E 14151297 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **28.11.2018 EP 2722323**

54 Título: **Procedimiento para la preparación de 2-metil-4-fenil-2-pentanol**

30 Prioridad:

24.03.2010 EP 10157654

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

14.05.2019

73 Titular/es:

**BASF SE (100.0%)
Carl-Bosch-Strasse 38
67056 Ludwigshafen am Rhein, DE**

72 Inventor/es:

**EBEL, KLAUS;
RÜDENAUER, STEFAN;
PELZER, RALF y
BOCK, MARTIN**

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 712 657 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para la preparación de 2-metil-4-fenil-2-pentanol

La presente invención se refiere a un procedimiento para la preparación de 2-metil-4-fenil-2-pentanol.

5 El 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol, que también se designa como coranol, es una sustancia olorosa con una fragancia a lirio de los valles, cuyo uso como componente de composiciones de fragancias se describió por primera vez en la publicación US 4,701,278.

10 La preparación de 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol se describió por N.E. Okazawa et al. en Can. J. Chem. 60(1982), 2180-93 y comprende la transformación del ácido 3-ciclohexilpropanoico en su cloruro de ácido que se hace reaccionar a continuación con 2 moles de metil-litio para obtener el 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol. Debido al uso de metil-litio, este procedimiento de preparación, en particular en la realización a gran escala, tiene riesgos que no son insignificantes y no es económicamente atractivo. No obstante, otros procedimientos de preparación no se han descrito hasta ahora en la bibliografía.

15 Nicolas et al., Compte Rendus des Seances de l'Academie des Sciences, Serie C: Sciences Chimiques, vol. 265, No. 19 (1967), páginas 1044-1047, describen la preparación de 2-metil-4-fenil-2-pentanol mediante un acoplamiento electroquímico reductor de acetona a α -metilestireno a una temperatura de electrólito de 30 °C, donde se obtiene 2-metil-4-fenil-2-pentanol con un rendimiento de 24 %.

20 Christol et al., Bulletin de la Societe Chimique de France (1961), páginas 2319-2324, describen un procedimiento para la preparación de 2-metil-4-fenil-2-pentanol, en el cual primero se condensa ácido crotonico en presencia de $AlCl_3$ en benceno con la obtención de ácido 3-fenilbutírico. El ácido 3-fenilbutírico obtenido de esta manera se convierte a continuación en el éster etílico y luego se hace reaccionar con bromuro de metil-magnesio, en cuyo caso se obtiene 2-metil-4-fenil-2-pentanol con un rendimiento de 40 %.

25 La invención se refiere un procedimiento para la preparación de 2-metil-4-fenil-2-pentanol, que comprende la reacción de α -metilestireno con isopropanol a una temperatura en el intervalo de 250 a 500 °C y una presión en el intervalo de 5 a 50 MPa, en cuyo caso se obtiene 2-metil-4-fenil-2-pentanol y la proporción molar del α -metilestireno empleado al isopropanol empleado se encuentra en el intervalo de 1:5 a 1:100. En el procedimiento según la invención, isopropanol reacciona con α -metilestireno a temperatura elevada. En el sentido de una hidroxialquilación, en este caso se forma 2-metil-4-fenil-2-pentanol.

30 Sobre reacciones similares, T. Nakagawa et al. informó en el contexto de una investigación analítica sobre la reacción de estireno con alcanos en condiciones super críticas (véase J. Supercritical Fluids, 27 (2003), páginas 255-261 y Tetrahedron Lett., 48 (2007), páginas 8460-8463). No obstante, la reacción no ha sido usada hasta ahora para la obtención preparativa de 2-metil-4-fenil-2-pentanol.

35 En cuanto a la selectividad de la reacción ha resultado ventajoso realizar el procedimiento según la invención en condiciones supercríticas. Por estas se entiende condiciones de reacción en las que al menos uno de los componentes de la mezcla de reacción, preferentemente el isopropanol, se encuentra en el estado supercrítico. Por consiguiente, en el procedimiento según la invención la reacción se efectúa en condiciones, en las que el isopropanol se presenta en estado supercrítico. La temperatura crítica T_c del isopropanol es 235 °C, la presión crítica P_c asciende a 4,8 MPa. Las condiciones supercríticas pueden ajustarse por el experto mediante variación de presión y temperatura.

40 La temperatura requerida para una velocidad suficiente de la reacción de α -metilestireno con isopropanol asciende por regla general a al menos 250 °C, con frecuencia a al menos 300 °C y en particular a al menos 320 °C. Para lograr una selectividad suficiente de la reacción ha resultado ventajoso si la temperatura de la reacción no sobrepase un valor de 500 °C, en particular 400 °C. El procedimiento según la invención se efectúa a presión elevada que por regla general está en el intervalo de 5 MPa a 50 MPa, con frecuencia en el intervalo de 10 MPa a 30 MPa y en particular en el intervalo de 15 MPa a 25 MPa. La presión en el recipiente de reacción puede ajustarse mediante 45 sollicitación con un compuesto inerte. Preferentemente, la reacción se realiza aplicando un compuesto inerte. La reacción se efectúa preferentemente a la presión propia de la mezcla de reacción que rige a la temperatura deseada de reacción.

50 La duración de reacción depende naturalmente de las condiciones seleccionadas y de la conversión deseada y habitualmente se encuentra en el intervalo de 30 s a 4 h, en particular en el intervalo de 3 min a 3 h y especialmente en el intervalo de 5 min a 2,5 h. Por regla general, la reacción se conduce hasta que el reactante empleado en defecto, que es α -metilestireno, haya reaccionado en al menos el 80 %, en particular en al menos el 90 %.

55 En una forma de realización de la invención, la duración de reacción se encuentra en el intervalo de 30 min a 4 h, en particular en el intervalo de 1 a 3 h y especialmente en el intervalo de 1,5 a 2,5 h. Por regla general, la reacción se conduce hasta que el reactante usado en defecto, que es α -metilestireno, haya reaccionado en al menos el 80 %, en particular en al menos el 90 %.

Ha resultado particularmente ventajoso realizar el procedimiento según la invención a temperaturas elevadas, es decir por encima de 300 °C, en particular por encima de 320 °C, preferiblemente en el intervalo 350 °C y 400 °C. Esto permite tiempos de reacción breves que habitualmente se encuentran en el intervalo de 30 s a 30 min, particularmente en el intervalo de 3 min a 20 min y especialmente en el intervalo de 5 min a 15 min. De esta manera, incluso en el caso de una alta conversión de α -metilestireno, también pueden lograrse selectividades considerablemente > 60 % con respecto al producto objetivo.

En cuanto a la selectividad de la reacción ha resultado ventajoso realizar el procedimiento según la invención en ausencia amplia o completa de catalizadores tales como, por ejemplo, iniciadores de radicales, ácidos o compuestos de metales de transición. La ausencia amplia significa que la concentración de posibles catalizadores asciende a menos de 1 g/kg (< 1000 ppm), en particular a menos de 0,1 g/kg (< 100 ppm) con respecto al peso total de la mezcla de reacción.

La reacción de α -metilestireno con isopropanol puede realizarse en sustancia o en un diluyente adecuado, es decir inerte en condiciones de reacción. Los diluyentes inertes adecuados son disolventes apróticos orgánicos que no presentan doble enlace etilénicamente insaturado, tales como, por ejemplo, éteres alifáticos y alicíclicos preferentemente con 4, 5 o 6 átomos de C, hidrocarburos saturados, alifáticos y cicloalifáticos, preferentemente con 6 a 8 átomos de C, ésteres alquílicos de ácidos carboxílicos alifáticos preferentemente con 4 a 8 átomos de C y mezclas de los disolventes mencionados previamente. El procedimiento según la invención se efectúa preferentemente en sustancia; es decir, para la reacción no se usan esencialmente materias primas distintas de α -metilestireno e isopropanol, tales como, por ejemplo, disolventes inertes. Esencialmente significa en este caso que α -metilestireno e isopropanol constituyen al menos 95 % en peso, en particular al menos 99 % en peso, con respecto a la cantidad total de los componentes empleados. Además, los reactantes empleados para la reacción, es decir α -metilestireno e isopropanol, pueden contener, de manera condicionada por la preparación, cantidades bajas de impurezas tales como agua, etilbenceno, tolueno y similares, en cuyo caso las impurezas constituyen por regla general menos de 5 % en peso, en particular menos de 1 % en peso, con respecto a la cantidad total de los reactantes. En particular, el contenido de agua en los reactantes empleados no asciende a más de 1 % en peso, con respecto a la cantidad total de los reactantes.

En cuanto a la selectividad de la reacción ha resultado ventajoso usar en el procedimiento según la invención isopropanol en gran exceso con respecto a α -metilestireno y/o encargarse de que en la zona de reacción en la que se ponen en contacto entre sí el α -metilestireno y el isopropanol en las condiciones de reacción se presente un alto exceso de isopropanol con respecto al α -metilestireno que se encuentra en la zona de reacción. Por regla general, en el procedimiento según la invención, se hace reaccionar α -metilestireno e isopropanol en una proporción molar de α -metilestireno con respecto a isopropanol a lo sumo de 1:5, preferentemente a lo sumo de 1:10, en particular a lo sumo de 1:30, de manera especialmente preferente a lo sumo de 1:40 y especialmente a lo sumo de 1:50. En cuanto a un régimen eficaz de reacción eficaz, en el procedimiento según la invención se emplean α -metilestireno e isopropanol en una proporción molar en el intervalo de 1:5 a 1:100, y especialmente en el intervalo de 1:50 a 1:90.

El procedimiento según la invención puede realizarse de manera intermitente (el llamado modo de manejo por lotes), es decir que α -metilestireno e isopropanol se cargan inicialmente en la proporción molar deseada en un reactor adecuado y se llevan a las condiciones deseadas de reacción y se mantienen en las condiciones de reacción hasta la conversión deseada. El procedimiento según la invención también puede realizarse en el llamado modo de manejo semicontinuo, es decir que la cantidad principal, por regla general al menos 80 %, de uno o de ambos reactantes se proporciona en condiciones de reacción en el reactor de modo continuo o en porciones durante un lapso de tiempo más largo, por regla general de al menos 50 % de toda la duración de la reacción. El procedimiento según la invención también puede realizarse de modo continuo, es decir que α -metilestireno e isopropanol se suministran continuamente a una zona de reacción en la proporción molar y la mezcla de reacción se extrae de manera continua de la zona de reacción. La velocidad con la cual se introducen α -metilestireno e isopropanol a la zona de reacción depende del tiempo de permanencia deseado, el cual depende por su parte, de manera conocida, de la geometría del reactor y corresponde a la duración de reacción antes indicada.

El procedimiento según la invención puede realizarse fundamentalmente en todos los reactores que sean adecuados para las condiciones de reacción seleccionados, preferentemente en autoclaves que pueden presentar dispositivos para el mezclado de los reactantes, o en tubos de reacción.

Para mantener baja la proporción molar de α -metilestireno a isopropanol durante la reacción y al mismo tiempo permitir un régimen eficiente de reacción, ha resultado ventajoso cargar inicialmente al menos 80 %, en particular al menos 90 % del isopropanol empleado, opcionalmente junto con una cantidad parcial del α -metilestireno e introducir al menos 80 %, en particular al menos 90 % del α -metilestireno empleado a la reacción en condiciones de reacción. La adición del α -metilestireno puede efectuarse en porciones o, preferentemente, de manera continua. La felicidad con la cual se introduce α -metilestireno se selecciona en este caso preferentemente de modo que la proporción molar entre el α -metilestireno suministrado a la zona de reacción respectivamente al reactor, que aún no ha reaccionado, y el isopropanol que se encuentra en la zona de reacción es, durante la reacción, de menos de 1:10, en particular de no más de 1:40 y especialmente no más de 1:50; se encuentra, por ejemplo, en el intervalo de < 1:10 a 1:2000, preferentemente en el intervalo de 1:40 a 1:1500 y particularmente en el intervalo de 1:50 a 1:1000. En el caso de un régimen continuo de reacción, por lo tanto, se introducirán al reactor respectivamente a la zona de

reacción preferentemente α -metilestireno e isopropanol en las proporciones molares antes mencionadas. En una forma determinada de realización de la invención, la velocidad con la cual se introduce α -metilestireno se selecciona preferentemente de modo que la proporción molar entre el α -metilestireno, que se ha suministrado a la zona de reacción respectivamente al reactor, y el isopropanol que se encuentra en la zona de reacción se encuentra en el intervalo de 1:10 a 1:130, particularmente en el intervalo de 1:20 a 1:120, de modo particularmente preferido en el intervalo de 1:40 a 1:100 y especialmente en el intervalo de 1:50 a 1:90. Esto aplica también particularmente en caso de un régimen continuo de reacción para las proporciones molares introducidas al reactor, respectivamente a la zona de reacción, de α -metilestireno e isopropanol.

La mezcla de reacción obtenida en el procedimiento según la invención puede tratarse de manera conocida por se o puede emplearse directamente así en una hidrogenación con catálisis heterogénea. Por regla general ha resultado ventajoso tratar la mezcla de reacción que se obtienen en el procedimiento según la invención, por ejemplo, por extracción o destilación o mediante una combinación de estas medidas. En una forma de realización del procedimiento de acuerdo con la invención se trata la mezcla de reacción que se obtienen en el procedimiento según la invención por destilación, en cuyo caso se separa el 2-metil-4-fenil-2-butanol deseado como fracción media de compuestos de bajo punto de ebullición y de alto punto de ebullición. Siempre que se opere con un exceso de isopropanol, la fracción de compuestos de bajo punto de ebullición, que está constituida predominantemente por isopropanol, puede reintroducirse en el procedimiento. Por regla general antes de la hidrogenación catalítica heterogénea se elimina en gran parte isopropanol, de modo que la fracción de isopropanol en el producto de partida empleado para la hidrogenación asciende a menos del 20 % en peso, en particular a no más del 10 % en peso, con respecto a la cantidad total de producto de partida en la hidrogenación con catálisis heterogénea.

El 2-metil-4-fenil-2-butanol obtenido en el procedimiento según la invención puede someterse a continuación a una hidrogenación con catálisis heterogénea en un catalizador adecuado para la hidrogenación nuclear de compuestos aromáticos, que también se designa en lo sucesivo como catalizador de contacto.

Catalizadores de contacto adecuados son fundamentalmente todos los catalizadores de contacto que sean adecuados de manera conocida para la hidrogenación nuclear de compuestos aromáticos; es decir, catalizadores de contacto que catalizan la hidrogenación de grupos fenilo a grupos ciclohexilo. En este caso, habitualmente son catalizadores de contacto que contienen al menos un metal activo del grupo VIIIB del sistema periódico (versión CAS) como, por ejemplo, paladio, platino, cobalto, níquel, rodio, iridio, rutenio, particularmente rutenio, rodio o níquel, o una mezcla de dos o más de los mismos, opcionalmente en combinación con uno o varios otros metales activos. Otros metales activos preferidos se seleccionan de los grupos IB o VIIIB del sistema periódico (versión CAS). Entre los metales que pueden usarse igualmente de los subgrupos IB y/o VIIIB del sistema periódico de los elementos son adecuados, por ejemplo, cobre y/o renio.

Los catalizadores pueden ser catalizadores completos o preferentemente catalizadores soportados. Los materiales de soporte adecuados son, por ejemplo, carbón activo, carburo de silicio, dióxido de silicio, óxido de aluminio, óxido de magnesio, óxido de titanio, dióxido de zirconio, aluminosilicatos y mezclas de estos materiales de soporte. La cantidad de metal activo asciende habitualmente a 0,05 a 10 % en peso, con frecuencia a 0,1 a 7 % en peso y particularmente a 0,1 a 5 % en peso, con respecto al peso total del catalizador soportado, particularmente si el metal activo es un metal noble tal como rodio, rutenio, platino, paladio o iridio. En los catalizadores que contienen cobalto y/o níquel en calidad de metales activos la cantidad de metal activo puede ascender hasta 100 % en peso y se encuentra habitualmente en el intervalo de 1 a 100 % en peso, particularmente 10 a 90 % en peso con respecto al peso total del catalizador.

Los catalizadores soportados pueden emplearse en forma de un polvo. Por regla general, un polvo así presenta tamaños de partícula en el intervalo de 1 a 200 μm , en particular de 1 a 100 μm . Los catalizadores en forma de polvo son adecuados en particular cuando el catalizador se suspende en la mezcla de reacción que ha de hidrogenarse (modo de manejo en suspensión). Al usar el catalizador en lechos fijos de catalizador, habitualmente se usan cuerpos moldeados que pueden presentar la forma de esferas, comprimidos, cilindros, cordones, anillos o cilindros huecos, estrellas y similares, por ejemplo. Las dimensiones de estos cuerpos moldeados oscilan habitualmente en el intervalo de 0,5 a 25 mm. Con frecuencia se usan cordones de catalizador con diámetros de cordón de 1,0 a 5 mm y longitudes de cordón de 2 a 25 mm. Con cordones más pequeños pueden lograrse generalmente actividades superiores; sin embargo, con frecuencia éstos no muestran estabilidad mecánica suficiente en el procedimiento de hidrogenación. Por tanto, de modo muy particularmente preferido se emplean cordones con diámetros de cordón en el intervalo de 1,5 a 3 mm. Igualmente se prefieren materiales de soporte en forma de esfera con diámetros de esfera en el intervalo de 1 a 10 mm, en particular de 2 a 6 mm.

Catalizadores de contacto adecuados son aquellos que contienen al menos un metal activo seleccionado entre rutenio, rodio y níquel y opcionalmente en combinación con uno o varios otros metales activos que se seleccionan de los grupos IB, VIIIB o VIIIB del sistema periódico (versión CAS).

Catalizadores de contacto particularmente adecuados son catalizadores de contacto que contienen rutenio. Estos contienen rutenio como metal activo, opcionalmente en combinación con uno o varios otros metales activos. Otros metales activos preferidos se seleccionan de los grupos IB, VIIIB o VIIIB del sistema periódico (versión CAS). Los catalizadores pueden ser catalizadores completos o, preferentemente, catalizadores soportados. Ejemplos de otros

metales activos del grupo VIIIB son, por ejemplo, platino, rodio, paladio, iridio, cobalto o níquel o una mezcla de dos o más de los mismos. Entre los metales que pueden usarse igualmente de los subgrupos IB y/o VIIB del sistema periódico de los elementos son adecuados, por ejemplo, cobre y/o renio. Preferiblemente se emplea rutenio solo como metal activo o conjuntamente con platino o iridio como metal activo. De modo muy particularmente preferido se emplea rutenio solo como metal activo.

Principalmente son adecuados catalizadores de contacto que contienen rutenio en los cuales el rutenio se encuentra dispuesto sobre un material de soporte, los llamados catalizadores soportados que contienen rutenio. Los materiales de soporte de catalizadores soportados de este tipo presentan, por regla general, un área BET específica que se determina mediante adsorción de N_2 según DIN 66131, de al menos $30 \text{ m}^2/\text{g}$, particularmente 50 a $1000 \text{ m}^2/\text{g}$. Se prefieren materiales de soporte que contienen dióxido de silicio, particularmente aquellos que presentan un contenido de dióxido de silicio de al menos 90% en peso, con respecto al peso total del material de soporte. Igualmente se prefieren materiales de soporte que contienen óxido de aluminio, particularmente aquellos que presentan un contenido de óxido de aluminio (calculado como Al_2O_3) de al menos 90% en peso, con respecto al peso total del material de soporte.

Catalizadores de contacto adecuados que contienen rutenio son, por ejemplo, los catalizadores de contacto mencionados en las publicaciones US 3027398, DE 4407091, EP 258789, EP 813906, EP 1420012, WO 99/32427, WO 00/78704, WO 02/100536, WO 03/103830, WO 2005/61105, WO 2005/61106, WO 2006/136541, así como los catalizadores de contacto mencionados en el documento EP 09179201.0 no publicado previamente.

Catalizadores de contacto igualmente adecuados son catalizadores de contacto que contienen rodio. Estos contienen rodio como metal activo, opcionalmente en combinación con uno o varios otros metales activos. Otros metales activos preferidos se seleccionan de los grupos IB, VIIB o VIIIB del sistema periódico (versión CAS). Los catalizadores pueden ser catalizadores completos o, preferentemente, catalizadores soportados. Ejemplos de otros metales activos son del grupo VIIIB, por ejemplo, platino, paladio, iridio, cobalto o níquel o una mezcla de dos o más de los mismos. Entre los metales que pueden usarse igualmente de los subgrupos IB y/o VIIB del sistema periódico de los elementos son adecuados, por ejemplo, cobre y/o renio. En estos catalizadores se emplea preferentemente rodio solo como metal activo. Los catalizadores de contacto adecuados que contienen rodio son conocidos, por ejemplo, por las publicaciones mencionadas previamente para catalizadores que contienen rutenio o pueden prepararse según los procedimientos allí indicados o se encuentran disponibles en el comercio, por ejemplo, el catalizador Escat 34 de la compañía Engelhard.

Catalizadores de contacto igualmente adecuados son los catalizadores de contacto que contienen níquel. Éstos contienen níquel como metal activo, opcionalmente en combinación con uno o varios otros metales activos. Otros metales activos preferidos se seleccionan de los grupos IB, VIIB o VIIIB del sistema periódico (versión CAS). Los catalizadores pueden ser catalizadores completos o preferentemente catalizadores soportados. Ejemplos de otros metales activos son del grupo VIIIB, por ejemplo, platino, paladio, iridio o cobalto o una mezcla de dos o más de los mismos. Entre los metales que pueden usarse igualmente de los subgrupos IB y/o VIIB del sistema periódico de los elementos son adecuados, por ejemplo, cobre y/o renio. En estos catalizadores se usa preferentemente níquel solo como metal activo. Los catalizadores de contacto adecuados que contienen níquel se encuentran disponibles en el comercio, por ejemplo, el catalizador de BASF Ni5249P.

Como catalizador de contacto particularmente adecuado se emplea un catalizador soportado que contiene como metal activo rutenio solo o junto con al menos otro metal activo de los subgrupos IB, VIIB o VIIIB del sistema periódico de los elementos (versión CAS) sobre un material de soporte. Preferentemente se usa rutenio solo como metal activo o junto con platino o iridio como metal activo; de manera muy particularmente preferida se usa rutenio solo como metal activo. Como materiales de soporte para catalizadores soportados que contienen rutenio se tienen en consideración básicamente los materiales de soporte mencionados anteriormente. Se prefieren materiales de soporte que contienen dióxido de silicio, en particular aquéllos que presentan un contenido de dióxido de silicio de al menos 90% en peso, con respecto al peso total del material de soporte. Igualmente se prefieren materiales de soporte que contienen óxido de aluminio, en particular aquéllos que presentan un contenido de óxido de aluminio (calculado como Al_2O_3) de al menos 90% en peso, con respecto al peso total del material de soporte. Se prefieren materiales de soporte con un área BET específica, determinada mediante adsorción de N_2 según DIN 66131 de al menos $30 \text{ m}^2/\text{g}$, en particular 50 a $1000 \text{ m}^2/\text{g}$. La cantidad de metal activo asciende habitualmente a $0,05$ a 10% en peso, preferentemente $0,1$ a 3% en peso y en particular $0,1 \%$ a 1% en peso, con respecto al peso total del catalizador soportado que contiene rutenio.

Como catalizador de contacto igualmente adecuado se emplea un catalizador soportado que, en calidad de metal activo, contiene rodio solo o junto con al menos otro metal activo de los subgrupos IB, VIIB o VIIIB del sistema periódico de los elementos (versión CAS) sobre un material de soporte. En calidad de metal activo preferiblemente se emplea rodio solo o conjuntamente con platino o iridio como metal activo. Como materiales de soporte para los catalizadores soportados que contienen rodio se toman en consideración fundamentalmente los materiales de soporte antes mencionados. Se prefieren materiales de soporte que contienen dióxido de silicio, particularmente aquellos que presentan un contenido de dióxido de silicio de al menos 90% en peso con respecto al peso total del material de soporte. Igualmente se prefieren materiales de soporte que contienen óxido de aluminio, particularmente aquellos que presentan un contenido de óxido de aluminio (calculado como Al_2O_3) de al menos 90% en peso, con

respecto al peso total del material de soporte. La cantidad de metal activo asciende habitualmente a 0,05 a 10 % en peso, con respecto al peso total del catalizador soportado que contiene rodio.

Como catalizador de contacto igualmente adecuado se emplea un catalizador que, como metal activo, contiene níquel solo o junto con al menos otro metal activo de los subgrupos IB, VIIB o VIIIB del sistema periódico de los elementos (versión CAS), opcionalmente sobre un material de soporte. Preferiblemente se emplean níquel solo como metal activo. Como materiales de soporte para los catalizadores soportados que contienen níquel se toman en consideración fundamentalmente los materiales de soporte antes mencionados. Se prefieren dióxido de silicio, óxido de aluminio y materiales de soporte que contienen magnesio, particularmente aquellos que se componen en al menos 90 % en peso de materiales de este tipo. La cantidad de metal activo asciende habitualmente a 1 a 90 % en peso, preferentemente 10 a 80 % en peso y particularmente 30 a 70 % en peso, con respecto al peso total del catalizador soportado que contiene níquel. También se prefieren aquellos catalizadores de contacto que contienen níquel que se componen esencialmente de modo exclusivo de metal activo, es decir cuya cantidad de metal activo asciende a más de 90 % en peso, por ejemplo, 90 a 100 % en peso.

Según una variante particularmente adecuada de la hidrogenación con catálisis heterogénea se emplea un catalizador de cubierta, particularmente un catalizador de cubierta que, en calidad de metal activo, contiene rutenio solo o junto con al menos otro metal activo de los subgrupos IB, VIIB o VIIIB del sistema periódico de los elementos en las cantidades antes mencionadas. Catalizadores de este tipo son conocidos particularmente por la publicación WO 2006/136541, así como el documento EP 09179201.0 no publicado previamente.

Un catalizador de cubierta de este tipo es un catalizador soportado que se caracteriza porque la cantidad predominante del o de los metales activos contenidos en el catalizador se encuentra en la proximidad de la superficie del catalizador. Particularmente se encuentran presentes al menos 60 % en peso, de modo particularmente preferido al menos 80 % en peso, respectivamente con respecto a la cantidad total del metal activo, hasta una profundidad de penetración de máximo 200 μm , es decir en una cubierta con una distancia de máximo 200 μm a la superficie de las partículas de catalizador. Por el contrario, en el interior (núcleo) del catalizador no se encuentra ninguna o sólo una cantidad muy baja del metal activo. Muy particularmente adecuado es un catalizador de cubierta en el que no pueda detectarse metal activo en el interior del catalizador, es decir que el metal activo se encuentra únicamente en la cubierta más externa, por ejemplo, en una zona hasta una profundidad de penetración de 100 μm a 200 μm . Los datos mencionados anteriormente pueden determinarse por medio de SEM (scanning electron microscopy, microscopía electrónica de barrido), EPMA (electron probe microanalysis, microanálisis por sonda de electrones), EDXS (energy dispersive X-ray spectroscopy, espectroscopia de rayos X por dispersión de energía) y representan valores promedio. Otros datos con respecto a los procedimientos de medición y técnicas mencionados anteriormente pueden tomarse, por ejemplo, de "Spectroscopy in Catalysis" de J. W. Niemantsverdriet, VCH, 1995. Debido a otros detalles con respecto a la profundidad de penetración de metal activo se remite a la publicación WO 2006/136541, en particular a la página 7, renglones 6 a 12.

Los catalizadores de cubierta adecuados presentan un contenido de metal activo en el intervalo del 0,05 % al 1 % en peso, en particular del 0,1 % al 0,5 % en peso, de manera particularmente preferido del 0,25 % al 0,35 % en peso, respectivamente con respecto al peso total del catalizador.

Para la hidrogenación con catálisis heterogénea son adecuados catalizadores de cubierta con un material de soporte a base de dióxido de silicio, en general dióxido de silicio amorfo. Por el término "amorfo" en este contexto se entiende que la fracción de fases cristalinas de dióxido de silicio constituyen menos de 10 % en peso del material de soporte. Los materiales de soporte usados para la preparación de los catalizadores pueden presentar, sin embargo, superestructuras que se forman mediante disposición regular de poros en el material de soporte. Como materiales de soporte se toman en consideración fundamentalmente tipos amorfos de dióxido de silicio que se componen en al menos 90 % en peso de dióxido de silicio, en cuyo caso los restantes 10 % en peso, preferiblemente no más de 5 % en peso, del material de soporte también pueden ser otro material de óxido, por ejemplo, MgO , CaO , TiO_2 , ZrO_2 , Fe_2O_3 y/o óxido de metal alcalino. En una forma preferida de realización del catalizador de cubierta, el material de soporte es libre de halógeno, particularmente libre de cloro; es decir que el contenido de halógeno en el material de soporte asciende a menos de 500 ppm en peso, por ejemplo, en el intervalo de 0 a 400 Ppm en peso. Por lo tanto, se prefiere un catalizador de cubierta que contiene menos de 0,05 % en peso de haluro (determinado por medio de cromatografía de iones) con respecto al peso total del catalizador. Se prefieren materiales de soporte que presentan un área específica en el intervalo de 30 a 700 m^2/g , preferentemente 30 a 450 m^2/g , (área BET según DIN 66131). Materiales de soporte amorfos adecuados a base de dióxido de silicio son corrientes para el experto y se encuentran disponibles comercialmente (véase, por ejemplo, O. W. Flörke, "Silica" en Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, 6ª edición en CD-ROM). Estos pueden ser tanto de origen natural, como también haber sido preparados sintéticamente. Ejemplos de materiales de soporte amorfos adecuados a base de dióxido de silicio son geles de sílice, tierras de diatomeas, ácidos silícicos pirogénicos y ácidos silícicos de precipitación. En una variante adecuada de la hidrogenación con catálisis heterogénea, los catalizadores presentan geles de sílice en calidad de materiales de soporte. Dependiendo de la configuración del catalizador de cubierta, el material de soporte puede presentar distinta forma. Siempre que el procedimiento en el cual se emplean los catalizadores de cubierta se configure como un procedimiento en suspensión, para la preparación de los catalizadores se empleará habitualmente el material de soporte en forma de un polvo finamente dividido. Preferentemente, el polvo presenta tamaños de partícula en el intervalo de 1 a 200 μm , en particular de 1 a 100 μm . Al usar el catalizador de cubierta en lechos sólidos de

catalizador, se usan habitualmente cuerpos moldeados del material de soporte que pueden obtenerse, por ejemplo, mediante extrusión, prensado de cordón o formación de comprimidos y que pueden presentar, por ejemplo, la forma de esferas, comprimidos, cilindros, cordones, anillos o cilindros huecos, estrellas y similares. Las dimensiones de estos cuerpos moldeados oscilan habitualmente en el intervalo de 0,5 a 25 mm. Con frecuencia se usan cordones de catalizador con diámetros de cordón de 1,0 a 5 mm y longitudes de cordón de 2 a 25 mm. Con cordones más pequeños pueden lograrse generalmente actividades mayores; sin embargo, con frecuencia éstos no muestran estabilidad mecánica suficiente en el procedimiento de hidrogenación. Por tanto, se usan de manera muy especialmente preferente cordones con diámetros de cordón en el intervalo de 1,5 a 3 mm. Igualmente se prefieren materiales de soporte en forma de esfera con diámetros de esfera en el intervalo de 1 a 10 mm, en particular de 2 a 6 mm.

En catalizadores de cubierta particularmente adecuados, el material de soporte del catalizador, el cual es particularmente un material de soporte a base de dióxido de silicio, presenta un volumen de poro en el intervalo de 0,6 a 1,0 ml/g, preferiblemente en el intervalo de 0,65 a 0,9 ml/g, por ejemplo, 0,7 a 0,8 ml/g, determinado mediante porosimetría de Hg (DIN 66133), y un área BET en el intervalo 280 a 500 m²/g, preferentemente en el intervalo de 280 a 400 m²/g, de modo muy particularmente preferido en el intervalo de 300 a 350 m²/g. Preferentemente, en catalizadores de cubierta de este tipo, al menos 90 % de los poros presentes presentan un diámetro de 6 a 12 nm, preferiblemente de 7 a 11 nm, de modo particularmente preferido de 8 a 10 nm. El diámetro de los poros puede determinarse según procedimientos conocidos por el experto, por ejemplo, mediante porosimetría de Hg o fisisorción de N₂. Preferiblemente al menos 95 %, de modo particularmente preferido al menos 98 %, de los poros presentes presentan un diámetro de poro de 6 a 12 nm, preferiblemente 7 a 11 nm, de modo particularmente preferido 8 a 10 nm. En estos catalizadores de cubierta preferiblemente no se encuentran presentes poros que sean inferiores a 5 nm. Además, en estos catalizadores de cubierta preferentemente no se encuentran presentes poros que sean superiores a 25 nm, particularmente superiores a 15 nm. En este contexto, "no tener poros" significa que, con los procedimientos habituales de medición, por ejemplo, porosimetría de Hg o fisisorción de N₂ no se encuentran poros con estos diámetros.

En catalizadores de cubierta adecuados, la dispersión edad del metal activo asciende preferiblemente a 30 a 60 %, de modo particularmente preferido a 30 a 50 %. El experto en la materia conoce procedimientos para la medición de la dispersión edad del metal activo, por ejemplo, mediante quimisorción pulsada, en cuyo caso la determinación de la dispersión de metal noble (área específica de metal, tamaño de cristallita) se realiza con el procedimiento de pulsos de CO (DIN 66136(1-3)).

La hidrogenación con catálisis heterogénea puede realizarse en la fase líquida o en la fase gaseosa. La hidrogenación con catálisis heterogénea se realiza preferiblemente en la fase líquida.

La hidrogenación con catálisis heterogénea puede realizarse en ausencia de un solvente o un diluyente o en presencia de un disolvente o un diluyente; es decir que no se requiere realizar la hidrogenación en solución. Como disolvente o diluyente puede emplearse cualquier disolvente o diluyente adecuado. Como disolvente o diluyente se toman en consideración fundamentalmente aquellos que tienen la capacidad de disolver completamente, tanto como es posible, el compuesto orgánico que se hidrogena, o que pueden mezclarse completamente con este y que son inertes en las condiciones de hidrogenación, es decir que no se hidrogenan. Ejemplos de disolventes adecuados son éteres cíclicos y acíclicos preferiblemente con 4 a 8 átomos de C, por ejemplo, tetrahidrofurano, dioxano, éter metil-ter.-butílico, dimetoxietano, dimetoxipropano, dimetildietilenglicol, alcoholes alifáticos preferentemente con 1 a 6 átomos de C, como metanol, etanol, n- o isopropanol, n-, 2-, iso- o ter.-butanol, carboxilatos de ácidos carboxílicos alifáticos preferiblemente con 3 a 8 átomos de C tal como acetato de metilo, acetato de etilo, acetato de propileno o acetato de butilo, propionato de metilo, propionato de etilo, propionato de butilo, así como éteralcoholes alifáticos como metoxipropanol y compuestos cicloalifáticos como ciclohexano, metilciclohexano y dimetilciclohexano. La cantidad del disolvente o diluyente empleados no se restringen de manera particular y puede seleccionarse libremente según la necesidad, en cuyo caso al usar un disolvente, no obstante, se prefiere en tales cantidades que conduzcan a una solución al 3 hasta al 70 % en peso del compuesto orgánico previsto para la hidrogenación.

En una variante, la hidrogenación con catálisis heterogénea se realiza en sustancia.

La hidrogenación propia se efectúa habitualmente de manera análoga a los procedimientos conocidos de hidrogenación para la hidrogenación de compuestos orgánicos que presentan grupos capaces de hidrogenarse, preferiblemente para la hidrogenación de un grupo aromático carbocíclico para obtener el grupo alifático carbocíclico correspondiente, tal como se describen en el estado de la técnica mencionado al principio. Para este propósito, el compuesto orgánico, en forma de fase líquida o fase gaseosa, preferiblemente en forma de fase líquida, se pone en contacto con el catalizador en presencia de hidrógeno. La fase líquida puede conducirse por un lecho fluido de catalizador (modo de manejo del lecho fluido) o un lecho fijo de catalizador (modo de manejo de lecho fijo).

La hidrogenación puede configurarse tanto continuamente, como también discontinuamente. En tal caso, se prefiere la realización del procedimiento en forma continua. La hidrogenación con catálisis heterogénea se realiza preferentemente en reactores de goteo o en modo de manejo inundado según el modo de manejo de lecho fijo, en cuyo caso particularmente se prefiere la realización en los reactores de goteo. Aquí el compuesto que va a hidrogenarse se emplea particularmente en sustancia, es decir en ausencia amplia de diluyentes orgánicos

(contenido de disolvente preferentemente < 10 %). El hidrógeno puede conducirse en este caso tanto en corriente directa con la solución del producto de partida que va a hidrogenarse, como también en contracorriente por el catalizador. La hidrogenación también puede realizarse de manera discontinua según el modo de manejo por lotes. En este caso, la hidrogenación se realizará preferentemente en un disolvente o un diluyente.

- 5 En el caso de una realización discontinua de la hidrogenación con catálisis heterogénea, el catalizador se emplea normalmente en una cantidad tal que la concentración de rutenio en la mezcla de reacción empleada para la hidrogenación se encuentra en el intervalo de 10 a 10000 ppm, particularmente en el intervalo de 50 a 5000 ppm, especialmente en el intervalo de 100 a 1000 ppm.

- 10 La hidrogenación se efectúa normalmente a una presión de hidrógeno en el intervalo de 5 a 50 MPa, particularmente en el intervalo de 10 a 30 MPa. El hidrógeno puede suministrarse al reactor como tal, o diluido con un gas inerte, por ejemplo, nitrógeno o argón.

La hidrogenación se efectúa normalmente a temperaturas por encima de 50 °C, particularmente en el intervalo de 100 a 250 °C.

- 15 El experto en la materia conoce aparatos adecuados para la realización de la hidrogenación los cuales dependen en primer lugar del modo de manejo. Los aparatos adecuados para realizar una hidrogenación según la hidrogenación en lecho fluidizado del catalizador y en lecho fijo del catalizador son conocidos, por ejemplo, por la Ullmanns Enzyklopädie der Technischen Chemie, 4ª edición, volumen 13, página 135 y siguientes, así como por P. N. Rylander, "Hydrogenation and Dehydrogenation" en Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, 5ª edición en CD-ROM.

- 20 Como alternativa, 2-metil-4-fenil-2-pentanol o una mezcla que se compone esencialmente de 2-metil-4-fenil-2-pentanol pueden obtenerse mediante separación por destilación de mezclas que contienen 2-metil-4-fenil-2-butanol y 2-metil-4-fenil-2-pentanol.

2-metil-4-fenil-2-pentanol puede usarse como sustancia con fragancia, particularmente como una fragancia en composiciones cosméticas y en composiciones de lavado y de limpieza.

- 25 2-metil-4-fenil-2-pentanol puede someterse a una hidrogenación. En tal caso se obtiene 4-ciclohexil-2-metil-2-pentanol con alto rendimiento.

- 30 De manera similar a 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol, 4-ciclohexil-2-metil-2-pentanol es una sustancia con fragancia. Además, puede usarse sorprendentemente para la modificación de las propiedades de aroma de otras sustancias con aroma, particularmente de 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol. Por lo tanto, 4-ciclohexil-2-metil-2-pentanol puede usarse como sustancia de perfume o de aroma, particularmente en composiciones cosméticas y en composiciones para lavado o limpieza.

Las composiciones que contienen 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol y 4-ciclohexil-2-metil-2-pentanol se caracterizan de manera sorprendente porque, en comparación con 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol, presentan una nota de aroma más floral.

- 35 En estas composiciones, la proporción en peso entre 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol y 4-ciclohexil-2-metil-2-pentanol por regla general se encuentra en el intervalo de 50:1 a 1000:1. Las composiciones de este tipo también pueden contener pequeñas cantidades de 4-ciclohexil-2-metilbutano y opcionalmente 4-ciclohexil-2-metilpentano, las cuales se obtienen por sobre-reducción de 2-metil-4-fenil-2-butanol o de 2-metil-4-fenil-2-pentanol. La fracción en peso de la cantidad total de ciclohexil-2-metilbutano y opcionalmente de 4-ciclohexil-2-metilpentano por regla general no se excede de 10 % en peso, particularmente 5 % en peso, con respecto al 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol, y se encuentra, siempre que esté presente, en el intervalo de 0,01 a 10 % en peso, particularmente en el intervalo de 0,01 a 5 % en peso, con respecto a 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol. También es posible, obviamente, separar ciclohexil-2-metilbutano y opcionalmente 4-ciclohexil-2-metilpentano, por ejemplo, mediante destilación de modo que la cantidad total de ciclohexil-2-metilbutano y opcionalmente 4-ciclohexil-2-metilpentano asciende a menos de 1 %
- 40 en peso, particularmente menos de 0,5 % en peso o menos de 0,1 % en peso, con respecto a 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol. Una composición especial son concentrados, es decir composiciones que se compone esencialmente, es decir en al menos 95 % en peso, particularmente al menos 98 % en peso y especialmente al menos 99 % en peso o al menos 99,5 % en peso, de 2-4-ciclohexil-2-metil-2-butanol y pequeñas cantidades de 4-ciclohexil-2-metil-2-pentanol, por ejemplo, composiciones en las que la proporción en peso entre 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol y 4-ciclohexil-2-metil-2-pentanol se encuentra en el intervalo de 50:1 a 1000:1.

- 45 Estos concentrados pueden contener ciclohexil-2-metilbutano y opcionalmente 4-ciclohexil-2-metilpentano en las cantidades antes mencionadas. Las composiciones en las cuales la proporción en peso entre 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol y 4-ciclohexil-2-metil-2-pentanol se encuentra por fuera del intervalo aquí mencionado, pueden prepararse mezclando ciclohexil-2-metil-2-butanol con la cantidad deseada de 4-ciclohexil-2-metil-2-pentanol. Las composiciones de este tipo, particularmente los concentrados antes mencionados, pueden usarse como sustancias de fragancias o de aromas por las razones mencionadas previamente, particularmente en composiciones cosméticas, así como en composiciones para el lavado o la limpieza.
- 55

Como ya se ha dicho anteriormente, 4-ciclohexil-2-metil-2-pentanol puede prepararse a partir de 2-metil-4-fenil-2-pentanol mediante un procedimiento que comprende una hidrogenación con catálisis heterogénea de 2-metil-4-fenil-2-pentanol en un catalizador de contacto adecuado para la hidrogenación nuclear de compuestos aromáticos. En este caso, puede procederse de manera que primero se prepare 2-metil-4-fenil-2-pentanol de manera dirigida y a continuación se someta a una hidrogenación con catálisis heterogénea en un catalizador de contacto adecuado para la hidrogenación nuclear de compuestos aromáticos, tal como se ha descrito previamente.

Son ejemplos de composiciones cosméticas adecuadas básicamente todas las composiciones cosméticas que contienen habitualmente fragancias. A estas pertenecen, por ejemplo, agua de perfume, agua de tocador, agua de colonia, productos para después del afeitado tales como lociones y cremas, productos previos al afeitado, toallitas refrescantes perfumadas, cremas y lociones depilatorias, cremas y lociones de bronceado, productos para el cuidado del cabello tal como champús, acondicionadores, fijadores para el pelo, geles para el pelo, tintes para el pelo, ceras para el pelo, lacas, fijadores de espuma, mousses para el pelo, fluidos nutritivos, agentes igualadores para permanentes, tintes y decolorantes para el pelo o "Hot-Oil-Treatments" (tratamientos de aceite caliente), además productos para la limpieza de la piel tales como jabones, geles de baño, geles de ducha, productos para el cuidado corporal tales como cremas, aceites, lociones y similares para la piel, en particular productos para el cuidado de las manos, de la cara o de los pies, protectores solares, desodorantes y antitranspirantes, productos de desinfección de la piel, repelentes para insectos así como productos cosméticos decorativos. Dependiendo del campo de aplicación pueden formularse las composiciones cosméticas como líquido acuoso o alcohólico, aceite, pulverización (en aerosol), espuma (en aerosol), mousse, gel, pulverización de gel, crema, loción, polvo, pastillas o cera.

Productos adecuados para la limpieza y/o desinfección de superficies son, por ejemplo, limpiadores domésticos, limpiadores neutros, limpiabaños, limpiasuelos, limpiadores de alfombra, limpiaventanas, abrillantadores, productos para el cuidado de muebles, productos lavavajillas líquidos y sólidos, productos lavavajillas a máquina líquidos y sólidos, además productos para la limpieza o el tratamiento de materiales textiles tales como detergentes de material textil sólidos o líquidos, productos de tratamiento posterior al lavado, suavizantes, productos que facilitan el planchado, productos refrescantes de materiales textiles, preacondicionadores de tejido, jabón para lavar, comprimidos para lavar y similares.

Además, 2-metil-4-fenil-2-pentanol puede emplearse en otros productos que contienen fragancias como depuradores de aire, aceites de lámparas, velas, acondicionadores de aire ambiente y similares.

La invención se explica más detalladamente por medio de los siguientes ejemplos:

Ejemplo de preparación 1: Preparación del catalizador de hidrogenación

Como material de soporte sirvió un soporte de SiO₂ esférico (tipo AF125 de la BASF SE) con un diámetro de esfera de 3 a 5 mm y una densidad aparente compactada de 0,49 kg/l. El área BET se encontraba en 337 m²/g, la absorción de agua (WA) a 0,83 ml/g. Para la impregnación se empleó una solución al 14,25 % en peso de acetato de rutenio (III) en ácido acético de Umicore.

Se cargaron inicialmente 200 g de soporte en un matraz redondo. Se diluyeron 15 g de la solución de acetato de rutenio con agua destilada a 150 ml (90 % de WA). El material de soporte se cargó inicialmente en el matraz de destilación de un rotavapor y el primer cuarto de la solución se bombeó con un ligero vacío a de 3 a 6 r/min sobre el material de soporte. Tras finalizar la adición se dejó el soporte en el rotavapor durante otros 10 minutos a 3 hasta 6 r/min para homogeneizar el catalizador. Esta etapa de impregnación-homogeneización se repitió tres veces hasta que se hubo aplicado toda la solución sobre el soporte. El material de soporte así tratado se secó moviéndose en el horno tubular giratorio a 140 °C; a continuación, se redujo durante 3 h a 200 °C en el flujo de hidrógeno (20 l/h de H₂; 10 l/h de N₂) y se pasivo a 25 °C (5 % de aire en N₂, 2 h). El catalizador A así obtenido contenía 0,34 % en peso de rutenio, con respecto al peso de catalizador.

Ejemplo 1 (Ejemplo de referencia):

En una autoclave de 400 ml se dispusieron 2,08 g (20,0 mmol) de estireno y 51,2 g (853 mmol) de isopropanol. La autoclave se cerró y se agitó la mezcla de reacción a 350 °C (presión propia de 230 bares (23.000 kPa)). Después de a 2 h de duración de reacción se añadieron de nuevo 2,08 g (20,0 mmol) de estireno. Tras en total 14 adiciones, que corresponden a una cantidad total de estireno de 31,2 g (300 mmol), se dejó enfriar la mezcla de reacción, se despresurizó la autoclave. Antes de cada adición se tomó una muestra y se analizó por medio de cromatografía de gases con respecto a su composición. De esta manera se determinó la selectividad de la formación de 2-metil-4-fenil-2-butanol con respecto al estireno usado. Las selectividades están indicadas en la siguiente tabla:

Estireno [mmol]	40	80	120	160	200	240	280	300
Duración de reacción [h]	4	8	12	16	20	24	28	30
Selectividad [%]	90,0	81,8	77,3	70,9	67,9	63,9	59,6	57,3

La mezcla de reacción se trató por destilación. Tras separar los compuestos de bajo punto de ebullición (sobre todo isopropanol) se obtuvo un producto bruto de una pureza > 75 %, que contenía, además, 2-metil-4-fenil-2-pentanol (1,0 % de área de CG). Otra destilación fina dio como resultado 25,7 g (0,151 mol) de 4-fenil-2-metilbutan-2-ol, que corresponde a un rendimiento del 50,3 %.

- 5 Una mezcla obtenida en la destilación fina de 2-metil-4-fenil-2-butanol (99,8 %) y 2-metil-4-fenil-2-pentanol (0,11 % de área de CG) se caracterizaba en comparación con la sustancia pura 2-metil-4-fenil-2-butanol de manera olorosa en particular por una nota débilmente floral agradable adicional.

Ejemplo 2 (Ejemplo de referencia):

- 10 En una autoclave de 400 ml se dispusieron 118 g (1,96 mol) de isopropanol. La autoclave se cerró y se llevó a 375 °C de temperatura interna (presión propia de 244 bares (24.400 kPa)). A esto se añadieron rápidamente 2,06 g (19,8 mmol) de estireno y tras 15 min de duración de reacción se añadieron de nuevo 2,08 g (20,0 mmol) de estireno. De esta manera se añadió otras cuatro veces estireno. Tras en total 6 adiciones, que corresponden a una cantidad total de estireno de 12,36 g (119 mmol), se dejó enfriar la mezcla de reacción y se despresurizó a continuación la autoclave. Antes de cada adición se tomó una muestra y se analizó por medio de cromatografía de gases con respecto a su composición. De esta manera se determinó la selectividad de la formación de 2-metil-4-fenil-2-butanol con respecto al estireno usado. Las selectividades están indicadas en la siguiente tabla:

Estireno [mmol]	19,8	38,6	59,4	79,2	99	118,8
Duración de reacción [min]	15	30	45	60	75	90
Selectividad [%]	72,1	62,5	65,5	65,1	65,2	63,6

Ejemplo 3: Modo continuo de manejo (Ejemplo de referencia)

- 20 En una autoclave de 300 ml se dispusieron 78 g de isopropanol. La autoclave se cerró y la mezcla de reacción se calentó hasta 350 °C de temperatura interna (presión propia de 150 bar (15.000 kPa)). A continuación, se realizó con presión controlada la dosificación y extracción continua, de modo que la presión y temperatura permanecieron siempre constantes. Se dosificó una mezcla de estireno e isopropanol en la proporción de 1:10 (partes en peso) con una velocidad de flujo de 40 g/h. De manera correspondiente se extrajo en el reactor una descarga de 40 g/h.
- 25 El desarrollo de la reacción se siguió por medio de cromatografía de gases. En este caso se ajustó un estado estacionario en el reactor tras aproximadamente 10 h. La conversión de estireno se determinó en 75 % y resultó una descarga de 2-metil-4-fenil-2-butanol de 2 g/h.

Ejemplo 4 (Ejemplo de referencia):

- 30 En una autoclave de 400 ml se dispusieron 51,2 g (853 mmol) de isopropanol. La autoclave se cerró y se agitó el contenido a 350 °C (presión propia de 230 bar (23.000 kPa)). Mediante una bomba dosificadora se añadió estireno con una velocidad de adición de 1,04 g/h (10 mmol/h) durante un lapso de tiempo en total de 20 h en la autoclave. A continuación, se dejó enfriar la mezcla de reacción y se despresurizó la autoclave. En intervalos de 4 h se tomaron muestras y se analizaron por medio de cromatografía de gases con respecto a su composición. De esta manera se determinó la selectividad de la formación de 2-metil-4-fenil-2-butanol con respecto al estireno usado. Las selectividades están indicadas en la siguiente tabla:

Estireno [mmol]	40		80	120	160	200
Duración de reacción [h]	4		8	12	16	20
Presión [MPa]	20,3		20,7	20,1	18,4	18,4
Selectividad [%]	81,8		71,3	65,1	62,2	58,0

Ejemplo 5 (Ejemplo de referencia):

- 40 En una autoclave de 300 ml se dispusieron 10,2 g de 2-metil-4-fenil-2-butanol (62 mmol) disueltos en 150 ml de tetrahidrofurano y 1,7 g del catalizador del ejemplo de preparación 1 en una cesta de catalizador. La autoclave se purgó tres veces con nitrógeno y después se aplicó presión durante 12 horas a 200 °C y 200 bares (20000 kPa) de presión de hidrógeno. Tras 6 y 12 horas se analizó el progreso de la reacción por medio de cromatografía de gases (30 m de material de columna DB1, diámetro interno: 0,25 µm, espesor de película: 0,25 µm, programa de temperatura 50 °C - 5 min isotérmicamente; 6 °C / min → 290 °C - 219 min isotérmicamente). Las fracciones de producto están indicadas en la siguiente tabla.

	4-Ciclohexil-2-metil-2-butanol	2-Metil-4-fenil-2-butanol	4-Ciclohexil-2-metilbutano
6 Horas	88,9 %	0 %	5,9 %
12 Horas	88,2 %	0 %	6,8 %

Tras 6 h ya no pudo detectarse material de partida. La fracción baja de subproductos como 4-ciclohexil-2-metilbutano demuestra la alta selectividad de la hidrogenación con respecto al compuesto objetivo deseado 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol.

Ejemplo 6 (Ejemplo de referencia):

- 5 En una autoclave de 300 ml se dispusieron 70 g de 2-metil-4-fenil-2-butanol (0,43 mol) disueltos en 97 g de tetrahidrofurano y 2,2 g de un catalizador de acuerdo con el ejemplo de preparación 1 en una cesta de catalizador. La autoclave se purgó tres veces con nitrógeno. Después se hidrogenó durante 10 horas a 160 °C y 160 bares (16000 kPa) de presión de hidrógeno. La descarga se analizó por medio de cromatografía de gases (30 m de material de columna DB1 DI.: 0,25 µm, FD: 0,25 µm, 50 °C - 5 min isotérmicamente, - 6 °C / min → 290 °C - 219 min isotérmicamente). La composición de la descarga tras 10 h está indicada en la siguiente tabla.

	4-Ciclohexil-2-metil-2-butanol	2-Metil-4-fenil-2-butanol	4-Ciclohexil-2-metil butano
Comp. 10 h [% en área] ¹⁾	95,4 %	0,0 %	4,6 %
¹⁾ Composición de la descarga tras 10 h			

Ejemplo 7 (Ejemplo de referencia):

- 15 En una autoclave de 300 ml se dispusieron 160 g de 2-metil-4-fenil-2-butanol (0,98 mol) y 6,4 g de un catalizador de acuerdo con el ejemplo 1 del documento EP 1042273 (0,5 % de Ru / Al₂O₃) en una cesta de catalizador. La autoclave se purgó tres veces con nitrógeno. Después se hidrogenó durante 10 horas a 160 °C y 160 bares (16000 kPa) de presión de hidrógeno. La descarga se analizó por medio de cromatografía de gases (30 m de material de columna DB1 DI.: 0,25 µm, FD: 0,25 µm, 50 °C - 5 min isotérmicamente, - 6 °C/min → 290 °C - 219 min isotérmicamente). La composición de la descarga tras 10 h está indicada en la siguiente tabla.

	4-Ciclohexil-2-metil-2-butanol	2-Metil-4-fenil-2-butanol	4-Ciclohexil-2-metil butano
Comp. 10 h [% en área] ¹⁾	90,1 %	0,1 %	2,5 %
¹⁾ Composición de la descarga tras 10 h			

Ejemplo 8 (Ejemplo de referencia):

- 20 En una autoclave de 300 ml se dispusieron 160 g de 2-metil-4-fenil-2-butanol (0,98 mol) y 0,64 g de un catalizador de soporte de Rh disponible comercialmente (Escat 34, compañía Engelhard - 5 % de Rh / Al₂O₃) en una cesta de catalizador. La autoclave se purgó tres veces con nitrógeno y después se hidrogenó durante 10 horas a 160 °C y 160 bares (16000 kPa) de presión de hidrógeno. La descarga se analizó por medio de cromatografía de gases (30 m de material de columna DB1 DI.: 0,25 µm, FD: 0,25 µm, 50 °C - 5 min isotérmicamente, - 6 °C/min → 290 °C - 219 min isotérmicamente). La composición de la descarga tras 10 h está indicada en la siguiente tabla.

	4-Ciclohexil-2-metil-2-butanol	2-Metil-4-fenil-2-butanol	4-Ciclohexil-2-metil butano
Comp. 10 h [% en área] ¹⁾	92,5 %	0,0 %	0,25 %
¹⁾ Composición de la descarga tras 10 h			

Ejemplo 9 (Ejemplo de referencia):

- 30 En una autoclave de 300 ml se dispusieron 160 g de 2-metil-4-fenil-2-butanol (0,98 mol) y 0,04 g de un catalizador de níquel habitual en el comercio (Ni5249P, compañía BASF, aproximadamente 65 % de Ni/SiO₂/MgO). La autoclave se purgó tres veces con nitrógeno y después se hidrogenó durante 10 horas a 160 °C y 160 bares (16000 kPa) de presión de hidrógeno. La descarga se analizó por medio de cromatografía de gases (30 m de material de columna DB1 ID: 0,25 µm, FD: 0,25 µm, 50 °C - 5 min isotérmicamente, - 6 °C / min → 290 °C - 219 min isotérmicamente). La composición de la descarga tras 10 h está indicada en la siguiente tabla.

	4-Ciclohexil-2-metil-2-butanol	2-Metil-4-fenil-2-butanol	4-Ciclohexil-2-metil butano
Comp. 10 h [% en área] ¹⁾	86,9 %	4,6 %	1,02 %
¹⁾ Composición de la descarga tras 10 h			

Ejemplo 10 (Ejemplo de referencia):

- 35 La reacción se realizó en una instalación de laboratorio accionada de manera continua que comprendía un reactor principal compuesto de tres reactores tubulares conectados uno detrás de otro con circulación (reactor principal (RP)) y un reactor secundario (RS) conectado como reactor tubular. Los reactores tubulares estaban rellenos tal 30 como sigue con el catalizador A preparado de acuerdo con el ejemplo de preparación 1: RP: todos los tubos respectivamente 7,7 g, RS: 3,25 g. El primer y tercer tubo del reactor principal se accionaron en funcionamiento por

goteo, el segundo tubo en funcionamiento en foso, proporcionándose la descarga del 3er tubo parcialmente con la alimentación en el primer tubo. El reactor secundario se accionó en paso directo en funcionamiento de flujo hacia arriba (o de fondo). Se bombeó 2-metil-4-fenil-2-butanol (20-30 g/h; carga de cat. = 0,4-0,6 kg/(Lxh)) con hidrógeno puro a una temperatura media de 120-180 °C en el reactor principal y 140-180 °C en el reactor secundario y una presión constante de 36 bares (3600 kPa) por la cascada de reactores. La conversión de 2-metil-4-fenil-2-butanol se encontraba en 100 %, la selectividad con respecto a 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol en 88-98 %. Las muestras se analizaron por medio de cromatografía de gases (30 m de material de columna DB1 ID: 0,25 µm, FD: 0,25 µm, 50 °C - 5 min isotérmicamente, - 6 °C/min → 290 °C - 219 min isotérmicamente). La hidrogenación se realizó durante un lapso de tiempo de 250 h, sin que se observara una reducción de la actividad del catalizador.

10 Ejemplo 11: Mezcla de 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol y 4-ciclohexil-2-metil-2-pentanol (Ejemplo de referencia)

En una autoclave de 300 ml se dispusieron 69 g de una mezcla que estaba compuesta de 2-metil-4-fenil-2-butanol (98,2 % en área) y 2-metil-4-fenil-2-pentanol (0,6 % en área), disueltos en 95 g de tetrahidrofurano y 2,2 g de un catalizador de acuerdo con el ejemplo de preparación 1 en una cesta de catalizador. La autoclave se purgó tres veces con nitrógeno. Después se hidrogenó durante 10 horas a 160 °C y 160 bares (16000 kPa) de presión de hidrógeno. La descarga se analizó por medio de cromatografía de gases (30 m de material de columna DB1 ID: 0,25 µm, FD: 0,25 µm, 50 °C - 5 min isotérmicamente, - 6 °C / min → 290 °C - 219 min isotérmicamente). La composición de la descarga tras 10 h está indicada en la siguiente tabla.

	4-Ciclohexil-2-metil-2-butanol	4-Ciclohexil-2-metil-2-pentanol	2-Metil-4-fenil-2-pentanol	2-Metil-4-fenil-2-butanol	4-Ciclohexil-2-metilbutano
Comp. 10h [% en área] ¹⁾	97,4 %	0,5 %	0,0 %	0,0 %	1,7 %
¹⁾ Composición de la descarga tras 10 h					

Tras la separación por destilación de 4-ciclohexil-2-metilbutano se obtuvo una mezcla de 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol y 4-ciclohexil-2-metil-2-pentanol que se diferencia en comparación con la sustancia pura 4-ciclohexil-2-metil-2-butanol en particular por una nota ligera floral ventajosa adicional.

Ejemplo 12.1: Preparación de 2-metil-4-fenil-2-pentanol (según la invención):

Mediante reacción de α-metilestireno con isopropanol en las condiciones descritas en el ejemplo 1, después de una destilación de varias etapas, se obtuvo una mezcla que contiene 2-metil-4-fenil-2-pentanol (90,3 % en área del cromatograma).

Ejemplo 12.2: Preparación de 4-ciclohexil-2-metil-2-pentanol a partir de 2-metil-4-fenil-2-pentanol (Ejemplo de referencia):

En una autoclave de 300 ml se dispusieron 27,7 g de esta mezcla disueltos en 132,3 g de tetrahidrofurano y 1,6 g de un catalizador de acuerdo con el ejemplo de preparación 1 en una cesta de catalizador. La autoclave se purgó tres veces con nitrógeno. Después se hidrogenó durante 10 horas a 160 °C y 160 bar (16000 kPa) de presión de hidrógeno. La descarga fue realizada por medio de cromatografía de gases (30 m de material de columna DB1 ID.: 0,25 µm, FD: 0,25 µm, 50 °C - 5 min de modo isotérmico, - 6 °C / min. 290 °C - 219 min. De modo isotérmico). La composición de la descarga tras 10 h está indicada en la siguiente tabla.

	4-Ciclohexil-2-metil-2-pentanol	2-Metil-4-fenil-2-pentanol
Comp. 10h [% en área] ¹⁾	85,9 %	1,4 %
¹⁾ Composición de la descarga tras 10 h		

4-Ciclohexil-2-metil-2-pentanol identificado por medio de espectrometría de masas de alta resolución (HRMS) y por medio de RMN-¹H:

HRMS (GC-ToF-MS, FI):

[M-H₂O + H]⁺ 166,1726 (medido);

[M-H₂O + H]⁺ 166,1722 (calculado para C₁₂H₂₂) diferencia +0,0004

RMN-¹H (400 MHz, d⁶-dmsO): δ = 4,05 (s, 1H), 2,48 (s, 2H), 0,95-1,77 (m, 12H), 1,05 (s, 6H), 0,92 (d, 3H) ppm.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la preparación de 2-metil-4-fenil-2-pentanol, que comprende la reacción de α -metilestireno con isopropanol a una temperatura en el intervalo de 250 a 500 °C y una presión en el intervalo de 5 a 50 MPa, en donde se obtiene 2-metil-4-fenil-2-pentanol, encontrándose la proporción molar del α -metilestireno empleado al isopropanol empleado en el intervalo de 1:5 a 1:100.
5
2. Procedimiento según la reivindicación 1, en donde la reacción se realiza en ausencia de un catalizador.
3. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, en donde para la reacción esencialmente no se emplean reactantes distintos de α -metilestireno e isopropanol.
4. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, en donde la reacción en la etapa a) se efectúa en condiciones en las cuales el isopropanol se encuentra presente en estado supercrítico.
10
5. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, en donde la proporción molar del α -metilestireno empleado al isopropanol empleado se encuentra en el intervalo de 1:40 a 1:100.
6. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, en donde se carga inicialmente al menos 80 % del isopropanol y al menos 80 % del α -metilestireno empleado en la reacción se introduce a la reacción en condiciones de reacción.
15
7. Procedimiento según la reivindicación 6, en donde el α -metilestireno se introduce de modo que la proporción molar del α -metilestireno que se encuentra en la zona de reacción al isopropanol que se encuentra en la zona de reacción asciende a menos de 1:10 durante la reacción.
8. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 7 en donde la mezcla de reacción obtenida en la reacción se somete a una purificación por destilación.
20